

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平10-203893

(43)公開日 平成10年(1998)8月4日

(51)Int.Cl.⁵
C 30 B 15/10
C 03 B 20/00
C 30 B 29/06

識別記号
5 0 2

F I
C 30 B 15/10
C 03 B 20/00
C 30 B 29/06
5 0 2 B

審査請求 未請求 請求項の数5 OL (全5頁)

(21)出願番号 特願平9-7475

(22)出願日 平成9年(1997)1月20日

(71)出願人 000228925
三菱マテリアルシリコン株式会社
東京都千代田区大手町一丁目5番1号
(71)出願人 396020800
科学技術振興事業団
埼玉県川口市本町4丁目1番8号
(71)出願人 000184713
コマツ電子金属株式会社
神奈川県平塚市四之宮2612番地
(71)出願人 000221122
東芝セラミックス株式会社
東京都新宿区西新宿1丁目26番2号
(74)代理人 弁理士 須田 正義

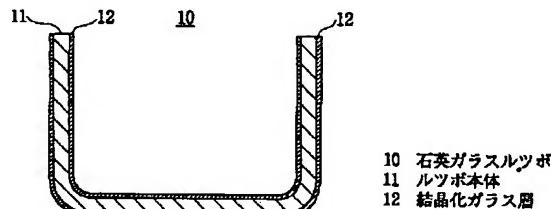
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 高強度石英ガラスルツボ及びその製造方法

(57)【要約】

【課題】 ルツボ外面を結晶化ガラス層により強化して、長時間の育成中にルツボ本体が変形せず、これにより無転位の単結晶シリコンを育成する。

【解決手段】 高強度石英ガラスルツボ10は非晶質の石英ガラスからなるルツボ本体11の外面に結晶化ガラス層12が形成される。



10 石英ガラスルツボ
11 ルツボ本体
12 結晶化ガラス層

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 非晶質の石英ガラスからなるルツボ本体(11)の外面に結晶化ガラス層(12)が形成された高強度石英ガラスルツボ。

【請求項2】 結晶化ガラス層(12)がルツボ本体(11)の外面全体に形成された請求項1記載の高強度石英ガラスルツボ。

【請求項3】 結晶化ガラス層(12)がルツボ本体(11)の周壁外面に上下方向に間隔をあけて複数形成された請求項1記載の高強度石英ガラスルツボ。

【請求項4】 非晶質の石英ガラスからなるルツボ本体(11)の外面に酸素雰囲気中で酸水素炎(21)を吹付けて前記外面に結晶化ガラス層を形成する高強度石英ガラスルツボの製造方法。

【請求項5】 非晶質の石英ガラスからなるルツボ本体(11)をその内面及び外面にカーボン製の補強材(26, 27)を当てて補強し、前記補強したルツボ本体(11)を酸素雰囲気中で1500～1600℃の温度で熱処理して前記ルツボ本体(11)の外面に結晶化ガラス層を形成する高強度石英ガラスルツボの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、チョクラルスキ法（以下、CZ法という）により単結晶シリコンを育成するために用いられる高強度石英ガラスルツボ及びその製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 CZ法では、非晶質の石英ガラスルツボの内部でシリコンを融解し、シリコン融液上面に触れた種結晶を静かに回転させながら上方に引上げる。種結晶に触れた融液は種結晶を通して熱を失って、種結晶の上に凝固する際に種結晶の結晶方位に従って析出し、単結晶棒（インゴット）として引上げられる。近年、大口径のインゴットが製造されるようになると、必然的に育成装置内の部品のサイズが大きくなり、育成中の装置内の温度は高まり、石英ガラスルツボ自体の温度も軟化点近くになる。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】 そのため、従来の非晶質の石英ガラスからなるルツボでは、単結晶育成中に石英ガラスの軟化現象によりルツボが変形し、シリコン融液を適切に保持できなくなることがあった。このため、このルツボで育成した単結晶シリコンは育成中に熱応力に起因する転位、即ち有転位結晶になる比率が高かつた。本発明の目的は、ルツボ外面を結晶化ガラス層により強化して、長時間の育成中にルツボ本体が変形せず、これにより無転位の単結晶シリコンを育成し得る高強度石英ガラスルツボ及びその製造方法を提供することにある。

【0004】

2

【課題を解決するための手段】 請求項1に係る発明は、図1及び図2に示すように、非晶質の石英ガラスからなるルツボ本体11の外面に結晶化ガラス層12が形成された高強度石英ガラスルツボ10, 20である。ルツボ本体11の外面に結晶化ガラス層12を形成することにより、ルツボ本体の温度が非晶質の石英ガラスの軟化点に達しても、結晶化ガラス層12がルツボ本体の形態を保ち、変形を防ぐ。結晶化ガラス層の形成される部分は図1に示すルツボ本体の外面全体に限らず、外面の一部分でもよい。この場合、図2に示すルツボ本体11の周壁外面に上下方向に間隔をあけて複数形成するばかりでなく、その他の外面部分でもよい。また結晶化ガラス層は外面に連続せずに斑点状又は外周面に1本の環状又は複数本の環状（横縞状）に形成してもよい。斑点状の場合、ルツボ本体の外面1cm²当り1個以上斑点状の結晶化ガラス層が形成されることが好ましい。

【0005】 請求項2に係る発明は、請求項1に係る発明であって、図1に示すように、結晶化ガラス層12がルツボ本体11の外面全体に形成された高強度石英ガラスルツボ10である。結晶化ガラス層12をルツボ本体11の外面全体に形成することにより、ルツボ本体が結晶化ガラス層で覆われ、極めて耐熱性のある高強度石英ガラスルツボ10となる。

【0006】 請求項3に係る発明は、請求項1に係る発明であって、図2に示すように、結晶化ガラス層12がルツボ本体11の周壁外面に上下方向に間隔をあけて複数形成された高強度石英ガラスルツボ20である。ルツボ本体11の外面に複数本の縦縞状に結晶化ガラス層を形成することにより、少ない結晶化面積で石英ガラスルツボ20を効率良く高熱に対して耐久性を強めることができる。

【0007】 請求項4に係る発明は、図3に示すように、非晶質の石英ガラスからなるルツボ本体11の外面に酸素雰囲気中で酸水素炎21を吹付けてこの外面に結晶化ガラス層を形成する高強度石英ガラスルツボの製造方法である。直火にてルツボ本体11の外面を高熱処理するため、短時間に結晶化ガラス層を形成できる。

【0008】 請求項5に係る発明は、図4に示すように、非晶質の石英ガラスからなるルツボ本体11をその内面及び外面にカーボン製の補強材26及び27を当てて補強し、この補強したルツボ本体11を酸素雰囲気中で1500～1600℃の温度で熱処理してルツボ本体11の外面に結晶化ガラス層を形成する高強度石英ガラスルツボの製造方法である。成形したルツボ本体11をその結晶化温度まで高めても、補強材26及び27で補強されているため、ルツボ本体11の形が崩れず、その内面及び外面に結晶化ガラス層を均一の厚さで形成することができる。

【0009】

【発明の実施の形態】 次に本発明の実施の形態を図面に

基づいて詳しく説明する。図1に示すように、本発明の第1実施形態の高強度石英ガラスルツボ10は結晶化ガラス層12がルツボ本体11の外面全体に形成される。また理解を容易にするため、ルツボ本体11の厚さは誇張して示している(図2~図5も同じ)。結晶化ガラス層では結晶とガラスが混在し、その結晶化度は5~100%である。好ましくは20~100%である。この結晶化ガラス層の平均厚さは0.1~10mm、好ましくは2~5mmである。結晶化ガラス層の結晶化度が5%未満では、又はその平均厚さが0.1mm未満では、ルツボ本体の耐熱性が十分に増大しない。

【0010】第1実施形態の高強度石英ガラスルツボの製造方法を図3に基づいて説明する。図3に示すように、非晶質の石英ガラスからなるルツボ本体11の内面にこの内面に相応する外面を有するカーボン製の有底筒体の補強材26を密着させる。次いでルツボ本体11の外面にこの外面に相応する内面を有するカーボン製の有底筒体の補強材27を密着させる。両方の補強材26及び27を図示しないクランプで締付けて、補強材26及び27でルツボ本体11を挟持する。このようにして補強したルツボ本体11を酸素雰囲気中で1500~1600℃の温度で1~20時間熱処理する。これによりルツボ本体の内面及び外面が軟化する。1時間未満では非晶質の石英ガラスの軟化が不十分であり、20時間を超えると必要以上に軟化が進み、ルツボ本体の形態の維持が困難になる。熱処理後、軟化点以下にすると、軟化していた両面が結晶化する。補強材26及び27を外して両面に結晶化ガラス層を有するルツボ本体を純水で洗浄する。

【0011】次に第2実施形態の高強度石英ガラスルツボの製造方法を図4及び図5に基づいて説明する。この結晶化ガラス層の厚さ及び結晶化度は第1実施形態と同じである。図5に示すように、第2実施形態の高強度石英ガラスルツボ20は結晶化ガラス層12が非晶質の石英ガラスからなるルツボ本体11の周壁外面に上下方向に間隔をあけて複数形成される。図4に示すように、非晶質の石英ガラスからなるルツボ本体11が回転軸24により回転するテーブル25上に載せられる。この回転テーブル25の側部上方にはテーブル上のルツボ本体11の外面に向けて酸素炎21を吹出すノズル22が設けられる。このノズル22は図示しない駆動装置により昇降するようになっている。非晶質の石英ガラスからなるルツボ本体11の外面に結晶化ガラス層を縦縞状形成するには、酸素雰囲気中でルツボ本体11を固定した後、図示するようにノズル22を水平にして酸素炎21の先端がルツボ本体11の上端の外面に当るように位置調整する。所定時間酸素炎21を吹付けすると、外面の温度は1500~1600℃になり、吹付けた外面部分は軟化する。次いでノズル22をゆっくりと下降させる。酸素炎が吹付けられなくなった外面は軟化点より

温度が低くなり結晶化する。ノズル22がルツボ本体11の下端外面に達したところで回転テーブル25を僅かな角度だけ回転し、テーブル25が停止した後、ノズル22を上昇させる。ノズル22がルツボ本体11の上端外面に達したところで回転テーブル25を僅かな角度だけ回転し、テーブル25が停止した後、ノズル22を下降させる。以下、同様にこのノズルの昇降とテーブルの回転を交互に行い、ルツボ本体11の外面に酸素炎21を吹付ける。その後縦縞状に外面に結晶化ガラス層を有するルツボ本体を純水で洗浄する。

【0012】

【実施例】次に本発明の実施例を比較例とともに説明する。上述した第1及び第2実施形態の高強度石英ガラスルツボを用いて、また比較のためルツボ本体の外面に結晶化ガラス層を有しない従来の石英ガラスルツボを用いて、それぞれシリコン単結晶を育成した。即ち、同形同大に形成され同一の非晶質の石英ガラスから作られた加工済の第1及び第2実施形態の高強度石英ガラスルツボ(以下、実施例1及び実施例2という)と、実施例1、2と同形同大に形成され同一の非晶質の石英ガラスから作られた未加工の従来の石英ガラスルツボ(以下、比較例1という)を同一のCZシリコン単結晶育成装置に設置し、それぞれのルツボ本体に同一の多結晶シリコンを充填し、不活性ガス中で多結晶シリコンを融解した後、種結晶をシリコン融液に浸し、これを引上げ、単結晶インゴットをそれぞれ同一条件で製造した。

【0013】実施例1、実施例2及び比較例1の単結晶インゴットの晶癖線の有無から育成した単結晶インゴットが無転位結晶か、有転位結晶かを調べた。育成した総結晶本数に対する無転位結晶本数の百分率を表1に示す。

【0014】

【表1】

	(無転位結晶本数/育成総結晶本数) × 100 (%)
実施例1	90
" 2	89
比較例1	30

【0015】表1から明らかなように、比較例1の石英ガラスルツボから作られた単結晶インゴットの無転位結晶本数が30%であったのに対して、実施例1及び実施例2の比率はそれぞれ90%及び89%を示し、実施例1及び実施例2の高強度石英ガラスルツボは育成中に極めて変形しにくいことが判った。

【0016】

【発明の効果】以上述べたように、本発明の方法によりシリコン融液が接する石英ガラスルツボのルツボ本体の

5

外面に結晶化ガラス層を形成し、この高強度石英ガラスルツボを用いてCZ法により単結晶を製造すると、結晶化ガラス層を有するルツボ本体は従来の非晶質の石英ガラスのみからなるルツボ本体よりも熱的に安定であるため、従来のルツボよりも強度が増加する。そのため高温で長時間ルツボは変形せずにシリコン単結晶を育成することができ、その結果、無転位で結晶を製造することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の第1実施形態の高強度石英ガラスルツボの中央縦断面図。

【図2】本発明の第2実施形態の高強度石英ガラスルツボの中央縦断面図。

6

【図3】本発明の第1実施形態の高強度石英ガラスルツボの製造方法を示す断面図。

【図4】本発明の第2実施形態の高強度石英ガラスルツボの製造方法を示す断面図。

【図5】本発明の第2実施形態の高強度石英ガラスルツボの斜視図。

【符号の説明】

10, 20 高強度石英ガラスルツボ

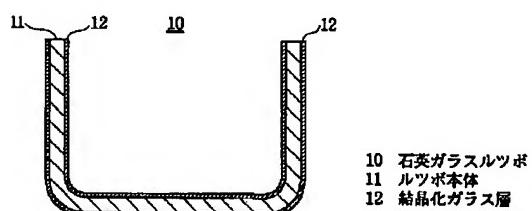
11 ルツボ本体

12 結晶化ガラス層

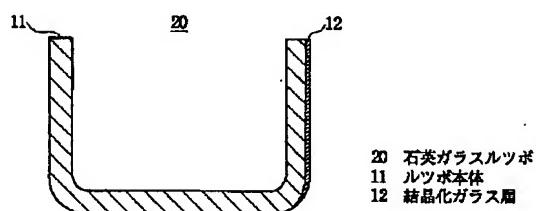
21 酸水素炎

26, 27 補強材

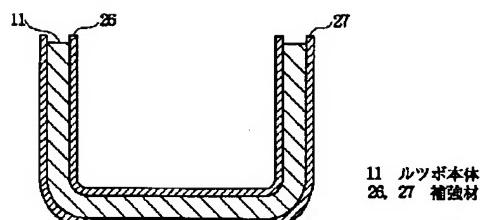
【図1】



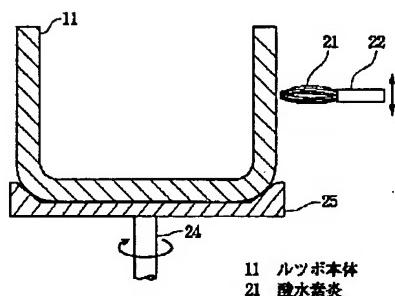
【図2】



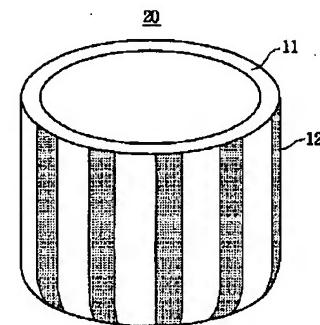
【図3】



【図4】



【図5】



20 石英ガラスルツボ
11 ルツボ本体

12 結晶化ガラス層

フロントページの続き

(72)発明者 安部 啓成
東京都千代田区大手町1丁目5番1号 三
菱マテリアルシリコン株式会社内
(72)発明者 寺嶋 一高
神奈川県海老名市中野206番地の3

(72)発明者 前田 進
神奈川県平塚市四之宮2612番地 コマツ電
子金属株式会社内
(72)発明者 中西 秀夫
東京都新宿区西新宿1丁目26番2号 東芝
セラミックス株式会社内